

Межветвевое рассеяние рентгеновского волнового поля в сильно искаженной области упругого поля дислокации

© Э.В. Суворов, И.А. Смирнова

Институт физики твердого тела РАН,
Черноголовка, Московская обл., Россия

E-mail: suvorov@issp.ac.ru

(Поступила в Редакцию 13 мая 2009 г.)

Экспериментально и методами компьютерного моделирования исследован случай дифракционного изображения винтовых дислокаций, расположенных параллельно поверхности образца. Изучены особенности рассеяния рентгеновского волнового поля в сильно искаженной области вблизи ядра дислокации. Показано, что дифракционное изображение в этой области дефекта формируется за счет суперпозиции новых волновых полей, рожденных в каждой точке упругого поля дислокации, с уже существующими полями.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 09-02-00731-а).

1. Введение

Дифракция рентгеновских лучей на неоднородностях кристаллической решетки, связанных с дефектами, исследуется давно (см., например, монографию [1]). Интерес к этой проблеме носит, с одной стороны, чисто фундаментальный характер — имеется в виду развитие динамической теории рассеяния реального кристалла, с другой — знания особенностей дифракции позволяют количественно анализировать рентгеновский дифракционный контраст дефектов кристаллической решетки. Прямая задача теории рентгеновского изображения решается довольно просто — уравнения Такаги–Топена позволяют получить изображение данного дефекта, если известно выражение для поля смещений кристаллической решетки вблизи дефекта. Решить обратную задачу, т.е. получить вид поля смещений (функцию локальных разориентаций) на основе рентгеновского дифракционного изображения, в общем виде не представляется возможным. Интерпретация и анализ дифракционных изображений существенно упрощаются для некоторых так называемых „особых положений дефекта“. В геометрии „на просвет“ система координат обычно выбирается так, что ось X совпадает с вектором дифракции и антипараллельна ему, ось Z перпендикулярна поверхности кристалла и перпендикулярна вектору дифракции, а ось Y соответственно параллельна поверхности кристалла. Любую дислокацию сложной конфигурации можно разбить на короткие прямолинейные отрезки, и каждый из них разложить по трем осям выбранной выше системы координат. Указанные проекции получили в литературе название особых положений дефекта [2]. В работах [3–7] описаны дифракционные явления, возникающие при рассеянии рентгеновского волнового поля для двух особых положений дислокации, когда ось дефекта перпендикулярна плоскости рассеяния и когда ось дефекта лежит в плоскости рассеяния перпендикулярно вектору дифракции. В представленной работе исследованы закономерности дифракции рентге-

новского излучения в случае ориентации оси дефекта параллельно вектору дифракции. Этот случай представляет особый интерес, так как он является частной одномерной задачей при исследованиях тонких приповерхностных слоев в монокристаллах, используемых в микроэлектронике, оптоэлектронике и рентгеновской оптике. Дислокации в данном случае являются лишь удобной моделью для изучения рассеяния рентгеновского волнового поля на локализованных деформациях в реальных кристаллах. Кроме названной причины особый интерес представляет изучение особенностей когерентного рассеяния рентгеновских лучей на деформациях, локализованных вдоль вектора дифракции. Дело в том, что именно в этой геометрии наиболее ярко проявляется роль межветвевое рассеяния (по терминологии Отье [8] — *inter-branch scattering*) в формировании рентгеновского дифракционного изображения дефектов. Это явление, как показывают немногочисленные имеющиеся в литературе исследования, вносит наиболее существенный вклад в дифракционное изображение и, как это не удивительно, именно оно оказалось наименее исследованным как экспериментально, так и теоретически.

2. Экспериментальные результаты

На рис. 1 приведена схема эксперимента. На рис. 2, $a-c$ показаны секционные топограммы, полученные для трех значений вектора дифракции $[0\bar{2}2]$, $[0\bar{4}4]$, $[0\bar{6}6]$ на излучении $MoK_{\alpha 1}$. Топограмма на рис. 2, d получена на излучении $CuK_{\alpha 1}$ от плоскости $(0\bar{2}2)$. Эти изображения получены в одном из так называемых особых положений, когда вектор дифракции параллелен оси дислокации и упругое поле дефекта не зависит от координаты X . На рис. 3 показан вид функции локальных разориентаций для винтовой дислокации, изображенной

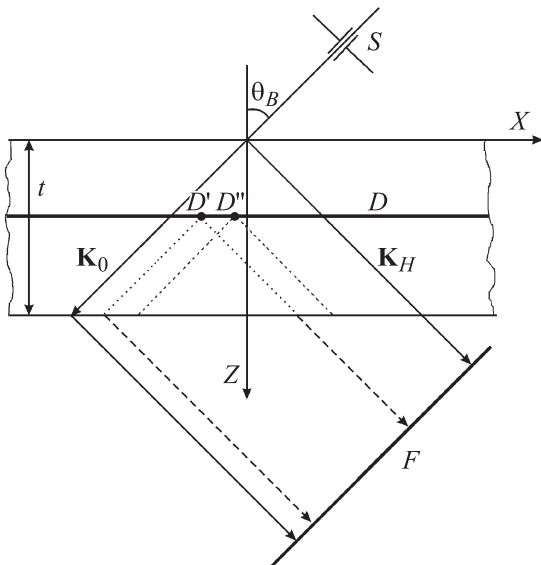


Рис. 1. Схема эксперимента. S — щель, формирующая первичный пучок; D — ось винтовой дислокации; \mathbf{K}_0 — волновой вектор падающей волны; \mathbf{K}_H — волновой вектор дифрагированной волны; D', D'' — текущие точки в сильно искаженной области на оси дислокации, где возбуждаются новые волновые поля; X, Z — оси системы координат, θ_B — угол Брэгга, F — фотопластинка.

на рис. 1. Вид поля рассчитывался по формуле

$$\beta_{\mathbf{H}}(y, z) = \frac{\mathbf{H}\mathbf{b}}{2\pi} \frac{y}{y^2 + z^2},$$

где \mathbf{H} — вектор дифракции, \mathbf{b} — вектор Бюргера.

Экспериментальные секционные топограммы, приведенные выше, получены на кристаллах кремния с введенными при пластическом изгибе прямолинейными дислокациями. Для введения в кристалл желаемого типа дислокаций применялась методика, описанная в [9,10]. Источниками дислокаций служили либо специально нанесенная индентором вдоль длинного ребра призмы царапина, либо (при больших нагрузках) внутренние концентраторы напряжений. Исходные бездислокационные образцы монокристаллов кремния подвергались

четырёхпорному изгибу. Условия деформации, способ нанесения царапины, постоянная нагрузка на образец ($2-10 \text{ kg/mm}^2$), температура ($500-600^\circ\text{C}$) и время деформирования подбирались таким образом, чтобы в кристалле возникали преимущественно единичные дислокационные полупетли. Размер полупетель и глубину залегания дислокаций можно оценить, зная динамические характеристики дислокации в используемых кристаллах [9].

3. Обсуждение полученных результатов

Анализ изображений на топограммах показывает, что с ростом величины вектора дифракции отчетливо наблюдается увеличение размеров прямого изображения и усложнение его формы, появляется его тонкая структура, связанная с межветвевым рассеянием. Необходимо особо подчеркнуть, что каждая точка дислокации (точнее каждая точка сильно искаженной области вблизи ядра дислокации (например, точки D', D'' на рис. 1), где кристалл выходит из отражающего положения за счет локальных разориентаций), попадая в волновое поле, распространяемое в треугольнике рассеяния в области лауэвского отражения, становится источником нового волнового поля, т.е. происходит разложение амплитуд волнового поля на сильных искажениях решетки, как на границе раздела, при этом возникают нормальная и аномальная волны, образуя новый треугольник рассеяния. Это и есть межветвевое рассеяние (interbranch scattering). Сильно искаженная область вблизи ядра дислокации при взаимодействии с рентгеновским волновым полем в треугольнике рассеяния работает наподобие рентгеновского зеркала — за счет дифракции возникают новые волновые поля в новых треугольниках рассеяния, когерентное взаимодействие этих новых волновых полей между собой и со „старым“ полем приводит к образованию рентгеновского изображения.

Все происходит аналогично рассеянию на границе кристалла, т.е. аналогично эффекту Бормана–Лемана [11,12]. На рис. 4 показаны результаты численного эксперимента по дифракции, распространяющейся в

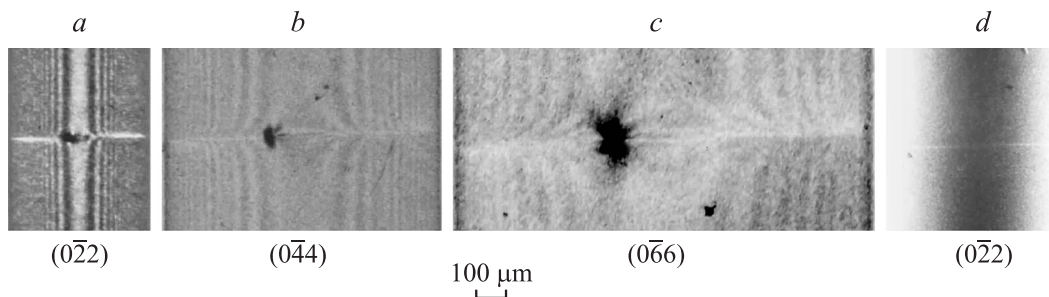


Рис. 2. Секционные топограммы одного и того же места кристалла с единичной винтовой дислокацией, полученные для различных отражений. Топограммы $a-c$ получены в излучении MoK_α при отражении от плоскостей (022) , (044) , (066) соответственно. Топограмма d получена в излучении CuK_α при отражении от плоскости (022) . Все топограммы приведены в одном масштабе.

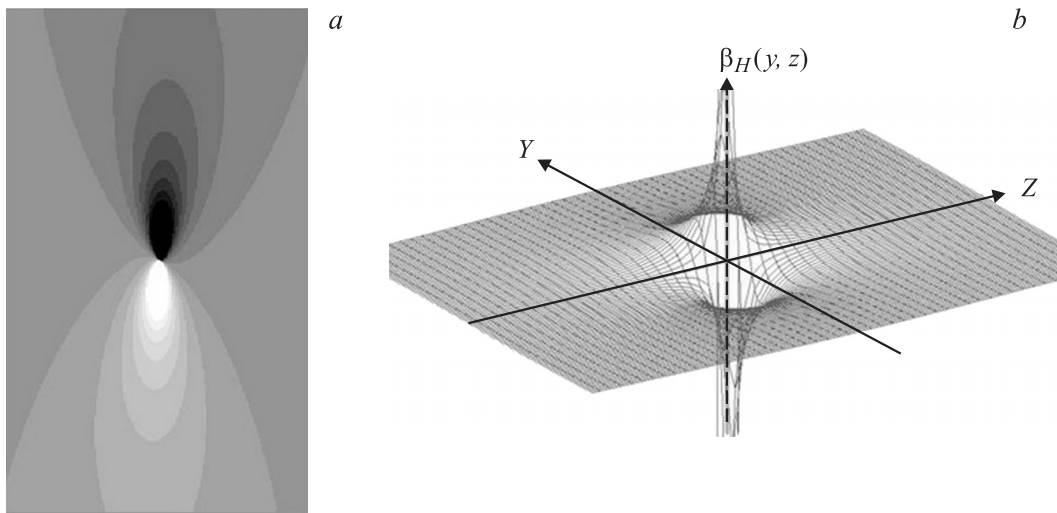


Рис. 3. Вид функции эффективных локальных разориентаций отражающей плоскости для единичной винтовой дислокации. *a* — проекция на плоскость (YZ) , *b* — трехмерное изображение функции локальных разориентаций. Вектор \mathbf{H} соответствует отражению от плоскости $(0\bar{2}2)$.

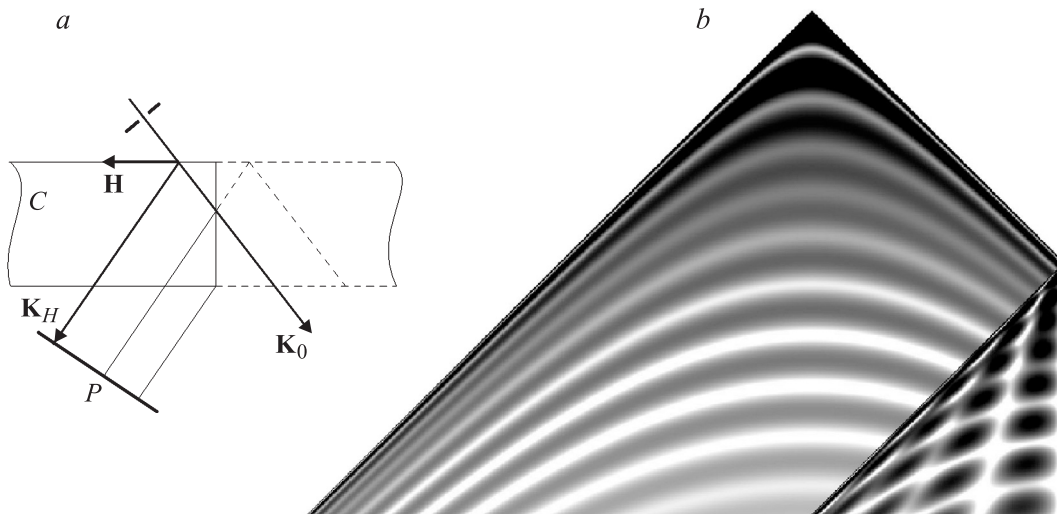


Рис. 4. Схема эксперимента, демонстрирующая рассеяние на границе раздела внутри кристалла (*a*), и волновое поле в кристалле с границей раздела (численный расчет, случай тонкого кристалла) (*b*). *P* — плоскость фотопластинки.

треугольнике рассеяния волны на границе кристалла. В каждой точке границы раздела распространяющаяся в кристалле падающая волна возбуждает новые волновые поля, при этом образуются и нормальная, и аномальная моды. В результате суперпозиции падающей волны и возбужденных на границе раздела волн возникает сложное изображение границы раздела. Следует подчеркнуть, что ориентация границы раздела не имеет принципиального значения. Как бы ни была ориентирована граница раздела, новые волновые поля обязательно возникают. В случае упругого поля дислокации реальной границы кристалла, конечно, нет, но вблизи ядра дислокации разориентации кристаллической решетки меняются очень сильно на малых расстояниях. Поэтому локальные участки кристалличе-

ской решетки выходят из отражающего положения и это создает для распространяющейся волны достаточно резкую границу раздела (толщина, на которой решетка выходит из отражающего положения за счет изменения функции локальных разориентаций, существенно меньше экстинкционной длины). Общий вид контраста определяется формой и ориентацией оси дислокации, так как каждое вновь образованное волновое поле распространяется из определенной точки треугольника рассеяния и имеет свою определенную начальную фазу. Именно сложение этих волн с учетом их фаз и приводит к такому большому разнообразию изображений дефектов.

Для качественного объяснения наблюдаемых изображений на рис. 2 ближнее поле дислокации можно

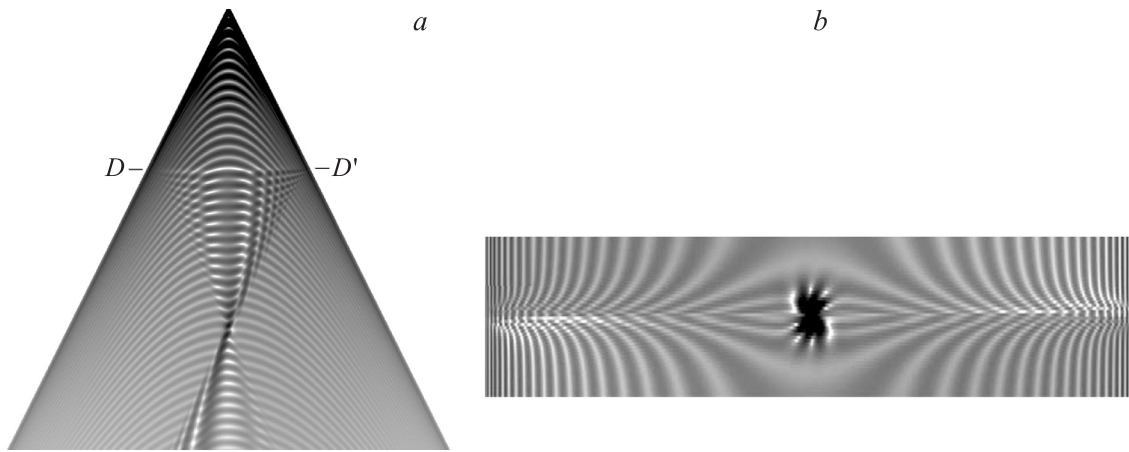


Рис. 5. Численный расчет волнового поля в треугольнике рассеяния (*a*) и соответствующая секционная топограмма (*b*) для эксперимента, приведенного на рис. 2, *c* (случай тонкого кристалла).

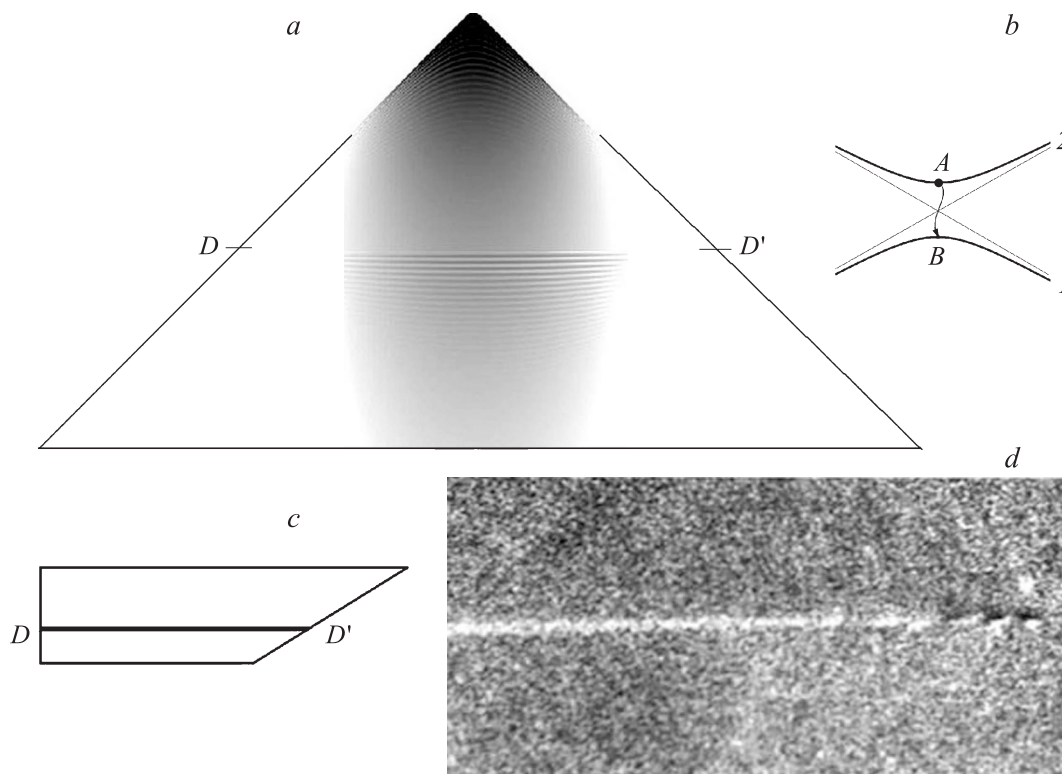


Рис. 6. Численный расчет распределения волнового поля в треугольнике рассеяния (случай толстого кристалла, точки D , D' соответствуют точкам пересечения оси дислокации характеристик треугольника рассеяния) (*a*) и схема возбуждения связанных точек на дисперсионной поверхности за счет межветвевое рассеяния (*b*). *c*, *d* — схема и экспериментальная топограмма клиновидного кристалла с винтовой дислокацией. DD' — ось дислокации.

приближенно рассматривать [13,14] как полосы двух близко расположенных дефектов упаковки. В этом случае вновь образующееся волновое поле под дислокацией будет, очевидно, похоже на волновое поле, возникающее в известном случае дефекта упаковки [1,13]. Это значит, что изображение ближнего поля дислокаций будет состоять из двух частей — динамической осциллирующей тени, образующейся расходящимся конусом

лучей под дислокацией, и дифракционной фокусировки лучей, формируемых сходящимся пучком траекторий нового волнового поля [14], рождающегося в каждой точке ближнего поля дислокации. На рис. 5 показано смоделированное путем решения уравнений Такаги [15] сечение волнового поля плоскостью рассеяния и соответствующая секционная топограмма. На рис. 5 видно, что новое волновое поле в результате интерференции

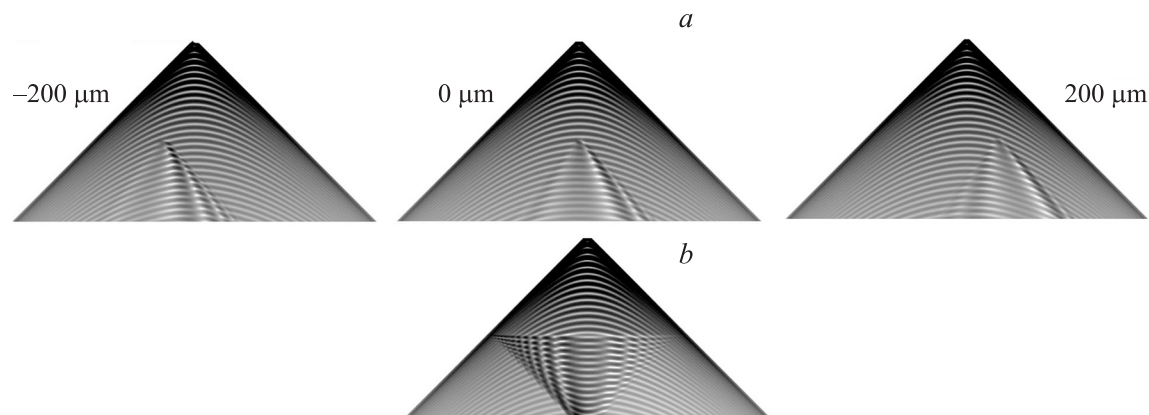


Рис. 7. Рассчитанные на ЭВМ по уравнениям Такаги волновые поля в треугольниках рассеяния для случая, когда винтовая дислокация лежит в плоскости рассеяния вдоль вектора дифракции. *a* — под дислокацией располагается виртуальная диафрагма-щель, обращающая в нуль вторичные волновые поля под дислокацией, за исключением области щели шириной в $3.5 \mu\text{m}$. Щель располагается в середине треугольника рассеяния и по обе стороны от середины на расстояниях $-200 \mu\text{m}$ и $+200 \mu\text{m}$. *b* — щель отсутствует.

со старым волновым полем, распространяющимся в кристалле, фокусируется в точке под дислокацией. Это и будет то, что получило в литературе название „прямое изображение дислокации“. Наблюдаемое изображение отображает общий вид функции локальных разориентаций в виде двухлепесткового бантика. Однако видно, что это изображение имеет более сложную структуру с множеством мелких лепестков, образующихся за счет интерференции новых и старых полей, и достаточно хорошо отображает эксперимент (рис. 2, *c*).

В случае сильного поглощения (рис. 2, *d*) вид секционной топограммы существенно меняется. Для излучения $\text{CuK}\alpha$ это уже толстый кристалл — $\mu t \sim 12$ (здесь μ — линейный коэффициент поглощения, t — толщина кристалла). На топограмме рис. 2, *d* экстинкционные полосы не наблюдаются, а прямое изображение в бормановском случае просто исчезает и наблюдается лишь светлая тень под дислокацией. Это связано с тем, что в таком толстом кристалле остается только одна аномальная слабо поглощающая волна, т.е. по существу работает бормановский случай, и в соответствии с теорией вид волнового поля в треугольнике рассеяния заметно меняется. В середине треугольника рассеяния наблюдается лишь колоколообразное распределение интенсивности. Все волновое поле оказывается сосредоточено в средней части треугольника рассеяния (эффект Бормана). На рис. 6, *a* приведено распределение волновых полей, образующихся в треугольнике рассеяния под дислокацией, рассчитанные с помощью уравнений Такаги [15]. Из анализа рис. 6 хорошо видно, как по мере роста толщины кристалла исчезают осцилляции поля, т.е. нормальная мода поглощается и до оси дислокации доходит практически одна аномально проходящая волна. В сильно искаженной области вблизи ядра дислокации эта аномальная волна вызывает межветвевое рассеяние и под дислокацией вновь образуются две моды —

нормальная и аномальная. Поэтому вновь возникает интерференция двух волн — нормальной и аномальной, вновь появляются интерференционные полосы. Далее с ростом толщины кристалла нормальная мода опять постепенно затухает за счет интерференционного поглощения, а волновое поле концентрируется в средней части треугольника рассеяния, и изображение дислокации превращается просто в светлую тень вследствие того, что часть энергии поля была потрачена на образование новых полей — нормального и аномального. Важно отметить, что прямое изображение дислокации в данном случае отсутствует и в расчете, и в эксперименте, так как на краю треугольника рассеяния (рис. 6) амплитуда волнового поля практически равна нулю. На рис. 6, *b* схематически показаны возбуждение связанной точки на дискретной поверхности и образование нового волнового поля за счет межветвевое рассеяния в сильно искаженной области дислокации (за счет переброса точки возбуждения с одной ветви дисперсионной поверхности на другую).

Для подтверждения приведенной выше модели рассеяния рассмотрим два численных эксперимента. При расчете волнового поля, формируемого под дислокацией, введем виртуальную фильтр-диафрагму, которая будет пропускать вновь образованное волновое поле только в очень узкой плоскости рассеяния области размером в $1 \mu\text{m}$. Эту фильтр-диафрагму будем перемещать вдоль оси дислокации. На рис. 7 приведены три рассчитанных треугольника рассеяния, полученных для трех положений фильтра $-200 \mu\text{m}$, $0 \mu\text{m}$, $+200 \mu\text{m}$ внутри треугольника рассеяния. Положение $0 \mu\text{m}$ соответствует середине треугольника рассеяния. На рис. 7 хорошо наблюдаются вновь формируемые области рассеяния для каждого положения фильтра-диафрагмы. Если теперь убрать фильтр, то произойдет интерференция всех новых и старых волновых полей, образованных во всех точках

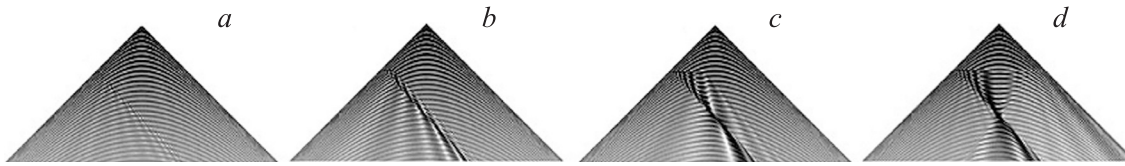


Рис. 8. Рассчитанные на ЭВМ распределения волновых полей в треугольнике рассеяния для случая, когда под дислокацией располагается виртуальный экран, закрывающий вторичные волновые поля, образующиеся при взаимодействии проходящей волны в сильно искаженной области упругого поля дислокации. *a* — экран открывает область дислокации по ее длине около $1 \mu\text{m}$, *b* — около $30 \mu\text{m}$, *c* — около $200 \mu\text{m}$, *d* — экран отсутствует.

сильно искаженной области вблизи оси дислокации, что и наблюдается на рис. 7, *b*.

Второй аналогичный численный эксперимент состоит в том, что вновь формируемые волновые поля под дислокацией закрыты виртуальным экраном (т. е. амплитуды волновых полей здесь просто обнуляются), который постепенно перемещается в глубь треугольника рассеяния вдоль дислокации и открывает все большее число точек на оси дислокации, в которых формируются новые волновые поля, образующиеся за счет межветвевое рассеяния. На рис. 8, *a-d* показано, как формируется изображение дислокации при добавлении новых волновых полей, возникающих вблизи оси дислокации. Эти два последних эксперимента наглядно показывают, как происходит интерференционное формирование изображения дефекта за счет волновых полей, рожденных при межветвевом рассеянии.

Следует отметить еще один интересный эффект — сдвиг полосы светлой тени динамического изображения вверх и вниз по *Y*-координате по обе стороны прямого изображения (см., например, рис. 2, *d*). Это связано со сдвигом траекторий, наблюдавшихся ранее в работе [7], для нормальной и аномальной мод волнового поля по обе стороны дислокации по *Y*-координате. Так как поглощения для нормальной и аномальной мод волнового поля различны, будет наблюдаться асимметрия амплитуд в распределении суммарного волнового поля в плоскости рассеяния. Именно с этим и связана эта асимметрия в бормановском изображении дислокации, когда с ростом толщины кристалла или ростом поглощения амплитуда нормальной моды будет ослабевать и появится асимметрия изображения по разные стороны от оси дислокации. Эта особенность в изображении дислокации в случае толстого кристалла позволяет по одному снимку определить знак вектора Бюргера дислокации.

4. Заключение

Таким образом, можно утверждать, что схема образования дифракционного изображения дефектов выглядит так. Если идеальная периодичность кристалла нарушена упругим полем дефекта, болховские волны, описывающие волновое поле в кристалле, уже не являются соб-

ственными решениями волновых уравнений [15]. В этой ситуации удобно ввести понятие локальной дисперсионной поверхности, когда болховские волны подстраиваются к локальным отклонениям кристаллической решетки и их траектории искривляются. Это приближение справедливо, когда искажения кристалла меняются плавно на расстоянии экстинкционной длины, которая определяется расщеплением дисперсионной поверхности вблизи брэгговского отражения. Если изменения упругого поля дефекта на расстояниях экстинкционной длины являются значительными и локальные разориентации превышают ширину кривой отражения (т. е. $\beta(r) \geq |\chi_H|$), болховские волны уже не успевают отслеживать изменения кристаллической решетки, происходит дифракция волн на сильных искажениях кристалла и возникает межветвевое рассеяние. При этом каждая волна может рождать целое семейство новых болховских волн, и это серьезно затрудняет анализ механизмов рассеяния. Точное решение задач межветвевое рассеяния удается получить только для самых простых случаев, например однородно изогнутого кристалла или для случая дефекта упаковки в геометрии двукристалльных схем [16–18].

Таким образом, суть работы сводится к следующему.

1) Каждая такая точка сильно искаженной области кристалла является источником распространения нового волнового поля, получившего в литературе название межветвевое рассеяние (interbranch scattering of X-ray beams).

2) Дифракционное изображение сильно искаженной области вблизи ядра дислокации формируется в результате суперпозиции вновь образованных волновых полей в каждой точке сильных искажений и старых волновых полей, распространяющихся в кристалле.

Список литературы

- [1] A. Authier. Dynamical theory of X-ray diffraction. Science Publications, Oxford (2001). 734 p.
- [2] D.K. Bowen, B.K. Tanner. High resolution X-ray diffractometry and topography. Taylor & Francis Group, London (1998). 273 p.
- [3] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова, Е.В. Шулаков. Поверхность. Рентген. синхротрон. нейтрон. исслед. **4**, 100 (2000).
- [4] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова, Е.В. Шулаков. Поверхность. Рентген. синхротрон. нейтрон. исслед. **9**, 64 (2004).

- [5] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова, Е.В. Шулаков. Поверхность. Рентген. синхротрон. нейтрон. исслед. **12**, 12 (2005).
- [6] И.А. Смирнова, Е.В. Шулаков, Э.В. Суворов. Поверхность. Рентген. синхротрон. нейтрон. исслед. **7**, 32 (1996).
- [7] E.V. Suvorov, V.I. Polovinkina, V.I. Nikitenko, V.L. Indenbom. Phys. Status Solidi A **26**, 385 (1974).
- [8] A. Authier. Bull. Soc. Franc. Mineral. Cryst. **84**, 51; 115 (1961).
- [9] В.И. Никитенко, В.Н. Ерофеев, Н.М. Надгорная. Сб. Динамика дислокаций. Физ.-техн. Ин-т низких температур ФН УССР, Харьков (1969). 84 с.
- [10] В.Н. Ерофеев, В.И. Никитенко, В.И. Половинкина, Э.В. Суворов. Кристаллография **16**, 190 (1971).
- [11] G. Borrmann, K. Lehmann. Z. Crystallogr. **125**, 234 (1967).
- [12] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова, Е.В. Шулаков. Поверхность. Рентген. синхротрон. нейтрон. исслед. **7**, 32 (1996).
- [13] В.Л. Инденбом, Ф.Н. Чуховский. Кристаллография **19**, 35 (1974).
- [14] В.Л. Инденбом, И.Ш. Слободецкий. Кристаллография **19**, 42 (1974).
- [15] S. Takagi. J. Phys. Soc. Jpn. **26**, 1239 (1969).
- [16] В.Л. Инденбом, И.Ш. Слободецкий, К.Г. Труни. ЖЭТФ **66**, 1110 (1974).
- [17] П.В. Петрашень, Ф.Н. Чуховский. ЖЭТФ **69**, 477 (1975).
- [18] V.L. Indenbom, I.Sh. Slobodetskii. Phys. Status Solidi B **71**, 751 (1975).